

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-300717

(43)Date of publication of application : 30.10.2001

(51)Int.Cl.

B22D 19/14
B22D 18/02
B22D 19/00
C22C 21/00
C22C 47/04
C22C 47/06
C22C 47/08
C22C 47/12
C22C 49/06
// (C22C 47/04
C22C121:02)
(C22C 47/06
C22C101:10)

(21)Application number : 2000-122792 (71)Applicant : TAIHEIYO CEMENT CORP

(22)Date of filing : 24.04.2000 (72)Inventor : TSUTO HIROYUKI
SHIOGAI TATSUYA
TAKEI YOSHIBUMI
HARADA TAMOTSU
AOKI ICHIRO

(54) METAL-CARBON FIBER COMPOSITE MATERIAL AND PRODUCING METHOD THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a metal-carbon fiber composite material which does not produce Al_4C_3 even in the case a matrix is an aluminum alloy or has uniform dispersion of the aluminum alloy, and this producing method.

SOLUTION: In the metal-carbon fiber composite material forming a preform with the carbon fiber and permeating the metal into this preform, the carbon fiber is the one coating the ceramic layer on the surface and the permeated metal is the aluminum alloy.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other

than the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Metal-carbon fiber composite material characterized by for this carbon fiber being a carbon fiber by which coating of the ceramic layer was carried out to the front face in the metal-carbon fiber composite material which preforming was formed [composite material] by the carbon fiber and made the metal permeate the preforming, and the metal made to this permeate being an aluminium alloy.

[Claim 2] Metal-carbon fiber composite material according to claim 1 characterized by said aluminium alloy being an aluminium alloy containing 15 or less % of the weight of Mg.

[Claim 3] Metal-carbon fiber composite material according to claim 1 or 2 characterized by said preforming being preforming which has the fiber filling factor of 30 - 60 volume %.

[Claim 4] The manufacture approach of the metal-carbon fiber composite material characterized by carrying out pressurization osmosis of the aluminium alloy by which melting was carried out to preforming which formed preforming by the carbon fiber, and this carbon fiber is a carbon fiber by which coating of the ceramic layer was carried out to the front face with the sol-gel method in the manufacture approach of metal-carbon fiber composite material of making a metal permeating the preforming, and was formed of the carbon fiber at the temperature of 700-900 degrees C in an inert gas ambient atmosphere.

[Claim 5] The manufacture approach of a metal-carbon fiber composite material according to claim 4 characterized by for said aluminium alloy being an aluminium alloy containing 15 or less % of the weight of Mg, for said ambient atmosphere being nitrogen-gas-atmosphere mind, and said osmosis being pressureless osmosis.

[Claim 6] The manufacture approach of a metal-carbon fiber composite material according to claim 4 or 5 characterized by said preforming being preforming which has the fiber filling factor of 30 - 60 volume %.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] Especially this invention relates to the metal-carbon fiber composite material which used the metal as the aluminium alloy, and its manufacture approach about metal-carbon fiber composite material and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although some composite material containing an inorganic fiber is seen until now, a carbon fiber is lightweight in it, and since it has the outstanding tensile strength, the composite material which makes a carbon fiber reinforcement taking advantage of the description of this carbon fiber, and makes plastics, such as epoxy, a matrix has spread widely.

[0003] However, since thermal resistance was extremely inferior, this composite material had the problem that it could not use, at the temperature exceeding 200 degrees C. Then, in order to enable it to use it at an elevated temperature, development of the composite material which makes an aluminium alloy a matrix instead of plastics is performed.

[0004] The approach of producing with the so-called high pressure casting process which the aluminium alloy by which melting was carried out to preforming formed by the carbon fiber is made to permeate in high pressure is tried by the development. Moreover, the approach of heat-treating and producing the mixture which mixed the carbon fiber and the powder-like aluminium alloy with a heat press is also tried.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by the former approach, the fused aluminium alloy reacted with the carbon fiber, aluminum4C3 was generated, and there was a problem that this aluminum4C3 did effect very harmful to the mechanical property of composite material in response to the effect of a steam.

[0006] Moreover, by the latter approach, aluminum4C3 generates upwards similarly too, and, for a certain reason, there was a problem [particle size / of aluminium alloy powder] that distribution of aluminium alloy powder was very bad, more than the diameter of a carbon fiber.

[0007] This invention is made in view of the technical problem which the metal-carbon fiber composite material mentioned above has, and even if a matrix is an aluminium alloy, moreover the purpose does not generate aluminum4C3, offering a uniform metal-carbon fiber composite material and also offering the manufacture approach has distribution of an aluminium alloy.

[0008]

[Means for Solving the Problem] When this invention person etc. forms preforming using the carbon fiber by which coating was carried out in the ceramic layer in the front face as a result of inquiring wholeheartedly, in order to attain the above-mentioned purpose, and making the aluminium alloy permeate the preforming, he does not generate aluminum4C3, and acquires knowledge that metal-carbon fiber composite material with uniform distribution of an aluminium alloy is obtained, and came to complete this invention.

[0009] Namely, this invention forms preforming by (1) carbon fiber, and sets it to the metal-carbon fiber composite material which made the metal permeate the preforming. This carbon fiber is a carbon fiber by which coating of the ceramic layer was carried out to the front face. It considers as the metal-carbon fiber composite material (claim 1) with which the this metal made to permeate is characterized by being an aluminium alloy. (2) It considers as a metal-carbon fiber composite material (claim 2) according to claim 1 characterized by said aluminium alloy being an aluminium alloy containing 15 or less % of the weight of Mg. (3) It considers as a metal-carbon fiber composite material (claim 3) according to claim 1 or 2 characterized by said preforming being

preforming which has the fiber filling factor of 30 - 60 volume %.

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL FIELD

[Field of the Invention] Especially this invention relates to the metal-carbon fiber composite material which used the metal as the aluminium alloy, and its manufacture approach about metal-carbon fiber composite material and its manufacture approach.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

PRIOR ART

[Description of the Prior Art] Although some composite material containing an inorganic fiber is seen until now, a carbon fiber is lightweight in it, and since it has the outstanding tensile strength, the composite material which makes a carbon fiber reinforcement taking advantage of the description of this carbon fiber, and makes plastics, such as epoxy, a matrix has spread widely.

[0003] However, since thermal resistance was extremely inferior, this composite material had the problem that it could not use, at the temperature exceeding 200 degrees C. Then, in order to enable it to use it at an elevated temperature, development of the composite material which makes an aluminium alloy a matrix instead of plastics is performed.

[0004] The approach of producing with the so-called high pressure casting process which the aluminium alloy by which melting was carried out to preforming formed by the carbon fiber is made to permeate in high pressure is tried by the development. Moreover, the approach of heat-treating and producing the mixture which mixed the carbon fiber and the powder-like aluminium alloy with a heat press is also tried.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EFFECT OF THE INVENTION

[Effect of the Invention] When it was the composite material of this invention as above, by the carbon fiber, even if a matrix is an aluminium alloy, it cannot form aluminum₄C₃, and reinforcement could consider as metal-carbon fiber composite material with uniform distribution of an aluminium alloy. The composite material which makes carbon continuous glass fiber high content ****, and makes an aluminium alloy a matrix comes to be obtained by this, and a useful metal-carbon fiber composite material can be easily offered now by the electrical and electric equipment, transportation, and the aerospace field by it.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

TECHNICAL PROBLEM

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by the former approach, the fused aluminium alloy reacted with the carbon fiber, aluminum4C3 was generated, and there was a problem that this aluminum4C3 did effect very harmful to the mechanical property of composite material in response to the effect of a steam.

[0006] Moreover, by the latter approach, aluminum4C3 generates upwards similarly too, and, for a certain reason, there was a problem [particle size / of aluminium alloy powder] that distribution of aluminium alloy powder was very bad, more than the diameter of a carbon fiber.

[0007] This invention is made in view of the technical problem which the metal-carbon fiber composite material mentioned above has, and even if a matrix is an aluminium alloy, moreover the purpose does not generate aluminum4C3, offering a uniform metal-carbon fiber composite material and also offering the manufacture approach has distribution of an aluminium alloy.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

MEANS

[Means for Solving the Problem] When this invention person etc. forms preforming using the carbon fiber by which coating was carried out in the ceramic layer in the front face as a result of inquiring wholeheartedly, in order to attain the above-mentioned purpose, and making the aluminium alloy permeate the preforming, he does not generate aluminum₄C₃, and acquires knowledge that metal-carbon fiber composite material with uniform distribution of an aluminium alloy is obtained, and came to complete this invention.

[0009] Namely, this invention forms preforming by (1) carbon fiber, and sets it to the metal-carbon fiber composite material which made the metal permeate the preforming. This carbon fiber is a carbon fiber by which coating of the ceramic layer was carried out to the front face. It considers as the metal-carbon fiber composite material (claim 1) with which the this metal made to permeate is characterized by being an aluminium alloy.

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EXAMPLE

[Example] Hereafter, the example of this invention is given concretely and this invention is explained more to a detail.

[0029] (Example 1)

(1) The carbon fiber plain weave fabric (the Arisawa Mfg. make, 2D) of production marketing of metal-carbon fiber composite material was prepared, and a laminating and 50x50x10mm preforming which presses and has the filling factor of 50 volume % were formed for this. what added IPA (isopropyl alcohol) to water 40% of the weight as a liquefied constituent on the other hand -- the 100 weight sections and this -- the trimethoxysilane 100 weight section and the alumina sol 30 weight section -- acetic-acid 2 weight ***** mixing was carried out, and the liquefied constituent was prepared.

[0030] After immersing preforming in this liquefied constituent and making a liquefied constituent adhere to a carbon fiber front face, it heat-treated for 10 minutes at 150 degrees C. Subsequently, the liquefied constituent was made to adhere to this further, this was heat-treated for 20 minutes at 150 degrees C, and the alumina layer was coated on the surface of the carbon fiber. While heat-treating this preforming and aluminium alloy (aluminum-5Mg) at the temperature of 750 degrees C in nitrogen-gas-atmosphere mind and fusing the aluminium alloy, it was pressureless, it was made to permeate into preforming, and composite material was produced.

[0031] (2) evaluation profit **** composite material was cut and the distributed condition of an aluminium alloy and the osmosis condition, and the covering condition of the alumina layer on the front face of a carbon fiber were observed visually. Moreover, the 3x4x40mm test piece was cut down from the obtained composite material, and three-point flexural strength was measured with the test piece. The result is shown in Table 1.

[0032] (Example 2) Adjusted the press pressure which pressurizes a carbon fiber plain weave fabric, and the filling factor of the carbon fiber of preforming was made into 40 volume %, and also composite material was produced and evaluated like the example 1. The result is also shown in Table 1.

[0033] (Example 3) Adjusted the press pressure which pressurizes a carbon fiber plain weave fabric, and the filling factor of the carbon fiber of preforming was made into 20 volume %, and also composite material was produced and evaluated like the example 1. The result is also shown in Table 1.

[0034] (Example 4) The presentation of the aluminium alloy made to permeate preforming was set to aluminum-18Mg, and also composite material was produced and evaluated like the example 1. The result is also shown in Table 1.

[0035]

[Table 1]

		炭素繊維 充填率 体積%	アルミニウム合金 組成 重量%	アルミニウム合金		アルミナ層 被覆状態	曲げ強度 MPa
				分散状態	浸透状態 未浸透部		
実施例	1	50	95Al-5Mg	均一	なし	良	500
	2	40	95Al-5Mg	均一	なし	良	450
	3	20	95Al-5Mg	均一	なし	良	220
	4	50	82Al-18Mg	均一	あり	良	-

[0036] Since the aluminium alloy fused in the opening section in preforming had permeated, the examples 1-4 of distribution of an aluminium alloy were uniform so that clearly from Table 1. Moreover, since the aluminium alloy had permeated without the coated alumina layer separating, the surface state of a carbon fiber did not touch examples 1-4 with an aluminium alloy, either. Furthermore, although examples 1, 2, and 3 were good, since the example 4 had the high content of Mg in an aluminium alloy, the non-permeated part had produced the osmosis condition of an aluminium alloy. Although examples 1 and 2 were high, since the example 3 had the low fiber filling factor, its flexural strength was low further again. In addition, since the non-permeated part had produced

the example 4, it did not measure.

[0037] If distribution of an aluminium alloy will become uniform if the aluminium alloy fused in preforming is made to permeate, it can be pressureless and can be made by this for there to be no generation of aluminum₄C₃ if a ceramic layer is formed on the surface of a carbon fiber, and to permeate, if Mg is included in an aluminium alloy, and the filling factor of a carbon fiber is made suitable, it is shown that composite material with high reinforcement is obtained.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-300717
(P2001-300717A)

(43) 公開日 平成13年10月30日 (2001. 10. 30)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
B 2 2 D 19/14		B 2 2 D 19/14	C 4 K 0 2 0
18/02		18/02	L
19/00		19/00	G
C 2 2 C 21/00		C 2 2 C 21/00	E
47/04		47/04	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-122792 (P2000-122792)

(22) 出願日 平成12年4月24日 (2000. 4. 24)

(71) 出願人 000000240

太平洋セメント株式会社

東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(72) 発明者 津戸 宏之

東京都江東区清澄1-2-23 太平洋セメント株式 会社 中央研究所

(72) 発明者 塩貝 達也

東京都江東区清澄1-2-23 太平洋セメント株式 会社 中央研究所

(72) 発明者 武井 義文

東京都江東区清澄1-2-23 太平洋セメント株式 会社 中央研究所

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属-炭素繊維複合材料及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 マトリックスがアルミニウム合金であっても、 Al_4C_3 が生成しない、また、アルミニウム合金の分散が均一な金属-炭素繊維複合材料を提供し、その製造方法をも提供することにある。

【解決手段】 炭素繊維でプリフォームを形成し、そのプリフォームに金属を浸透させた金属-炭素繊維複合材料において、該炭素繊維が、セラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維であり、該浸透させた金属が、アルミニウム合金であることとする金属-炭素繊維複合材料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素繊維でプリフォームを形成し、そのプリフォームに金属を浸透させた金属-炭素繊維複合材料において、該炭素繊維が、セラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維であり、該浸透させた金属が、アルミニウム合金であることを特徴とする金属-炭素繊維複合材料。

【請求項2】 前記アルミニウム合金が、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金であることを特徴とする請求項1記載の金属-炭素繊維複合材料。

【請求項3】 前記プリフォームが、30～60体積%の繊維充填率を有するプリフォームであることを特徴とする請求項1または2記載の金属-炭素繊維複合材料。

【請求項4】 炭素繊維でプリフォームを形成し、そのプリフォームに金属を浸透させる金属-炭素繊維複合材料の製造方法において、該炭素繊維が、ゾルーゲル法によりセラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維であり、その炭素繊維により形成されたプリフォームに、熔融されたアルミニウム合金を不活性ガス雰囲気中で700～900℃の温度で加圧浸透させることを特徴とする金属-炭素繊維複合材料の製造方法。

【請求項5】 前記アルミニウム合金が、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金であり、前記雰囲気が、窒素雰囲気であり、前記浸透が、非加圧浸透であることを特徴とする請求項4記載の金属-炭素繊維複合材料の製造方法。

【請求項6】 前記プリフォームが、30～60体積%の繊維充填率を有するプリフォームであることを特徴とする請求項4または5記載の金属-炭素繊維複合材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属-炭素繊維複合材料及びその製造方法に関し、特に金属をアルミニウム合金とした金属-炭素繊維複合材料及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】これまで、無機繊維を含有する複合材料がいくつかみられるが、その中で炭素繊維が軽量であり、優れた引張り強度を有することから、この炭素繊維の特徴を活かして炭素繊維を強化材とし、エポキシなどのプラスチックをマトリックスとする複合材料が広く普及している。

【0003】しかし、この複合材料は、耐熱性が極めて劣るため、200℃を超える温度では用いることができないという問題があった。そこで高温で使えるようにするため、プラスチックの代わりにアルミニウム合金をマトリックスとする複合材料の開発が行われている。

【0004】その開発には、炭素繊維で形成されたプリフォームに熔融されたアルミニウム合金を高圧で浸透さ

せる、いわゆる高圧鑄造法で作製する方法が試みられている。また、炭素繊維と粉末状のアルミニウム合金とを混合した混合物を熱プレスで加熱処理して作製する方法も試みられている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前者の方法では、熔融したアルミニウム合金が炭素繊維と反応して Al_4C_3 を生成し、この Al_4C_3 が水蒸気の影響を受けて複合材料の機械的特性に極めて有害な影響を及ぼすという問題があった。

【0006】また、後者の方法では、やはり同様に Al_4C_3 が生成する上に、アルミニウム合金粉末の粒径が炭素繊維の直径以上あるため、アルミニウム合金粉末の分散が極めて悪いという問題があった。

【0007】本発明は、上述した金属-炭素繊維複合材料が有する課題に鑑みなされたものであって、その目的は、マトリックスがアルミニウム合金であっても、 Al_4C_3 を生成しない、また、アルミニウム合金の分散が均一な金属-炭素繊維複合材料を提供し、その製造方法をも提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記目的を達成するため鋭意研究した結果、表面をセラミックス層でコーティングされた炭素繊維を用いてプリフォームを形成し、そのプリフォームにアルミニウム合金を浸透させれば、 Al_4C_3 を生成しない、また、アルミニウム合金の分散が均一な金属-炭素繊維複合材料が得られるとの知見を得て本発明を完成するに至った。

【0009】即ち本発明は、(1)炭素繊維でプリフォームを形成し、そのプリフォームに金属を浸透させた金属-炭素繊維複合材料において、該炭素繊維が、セラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維であり、該浸透させた金属が、アルミニウム合金であることを特徴とする金属-炭素繊維複合材料(請求項1)とし、

(2)前記アルミニウム合金が、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金であることを特徴とする請求項1記載の金属-炭素繊維複合材料(請求項2)とし、

(3)前記プリフォームが、30～60体積%の繊維充填率を有するプリフォームであることを特徴とする請求項1または2記載の金属-炭素繊維複合材料(請求項3)とし、

(4)炭素繊維でプリフォームを形成し、そのプリフォームに金属を浸透させる金属-炭素繊維複合材料の製造方法において、該炭素繊維が、ゾルーゲル法によりセラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維であり、その炭素繊維で形成されたプリフォームに、熔融されたアルミニウム合金を不活性ガス雰囲気中で700～900℃の温度で加圧浸透させることを特徴とする金属-炭素繊維複合材料の製造方法(請求項4)とし、

(5)前記アルミニウム合金が、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金であり、前記雰囲気が、

窒素雰囲気であり、前記浸透が、非加圧浸透であることを特徴とする請求項4記載の金属-炭素繊維複合材料の製造方法（請求項5）とし、（6）前記プリフォームが、30～60体積%の繊維充填率を有するプリフォームであることを特徴とする請求項4または5記載の金属-炭素繊維複合材料の製造方法（請求項6）とすることを要旨とする。以下さらに詳細に説明する。

【0010】上記で述べたように、本発明の金属-炭素繊維複合材料としては、強化材とする炭素繊維を、セラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維とし、その炭素繊維で形成されたプリフォームに浸透させるマトリックス金属を、アルミニウム合金とする複合材料とした（請求項1）。

【0011】上記のように炭素繊維を表面にセラミックス層がコーティングされた炭素繊維とすることにより、アルミニウム合金とは接触しなくなって Al_4C_3 の生成がなくなり、その炭素繊維によって形成されたプリフォーム中にアルミニウム合金が浸透されることにより、アルミニウム合金がプリフォーム中の空隙部に均一に分散されることとなる。

【0012】そのアルミニウム合金の組成としては、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金とした（請求項2）。アルミニウム合金はそのままでは非加圧ではプリフォーム中に浸透されないが、Mgを含ませれば、非加圧でもプリフォーム中に浸透されるので、Mgを含ませたものである。

【0013】一般に、溶融したアルミニウム合金は、表面にセラミックス層を有する材料であると濡れ性が悪く、加圧しないとプリフォーム中に浸透しない。そのため、加圧するための加圧装置が必要となり、コストがかかる上に、ニアネット成形が難しくなる。それをアルミニウム合金中にMgを含ませれば、その濡れ性が改善され、非加圧で浸透されることとなり、これらの問題が解消されるようになる。そのMgの含有率を15重量%以下としたのは、15重量%より多いと、アルミニウム合金の浸透速度が不均一となり、未浸透部分が発生しやすくなることによる。

【0014】炭素繊維で形成されるプリフォームの繊維充填率としては、30～60体積%とした（請求項3）。炭素繊維の充填率が30体積%より低いと、複合材料の強度が低下し、60体積%より高いと、プリフォームの形成が困難となり、複合材料の作製が難しくなる。

【0015】上記で述べた複合材料の製造方法としては、用いる炭素繊維をゾル-ゲル法によりセラミックス層が表面にコーティングされた炭素繊維とし、その炭素繊維で形成されたプリフォームに溶融されたアルミニウム合金を不活性ガス雰囲気中で700～900℃の温度で加圧浸透させることとする製造方法とした（請求項4）。

【0016】炭素繊維の表面にセラミックス層を形成する方法をゾル-ゲル法としたのは、公知の各種の方法があること、しかもゾル-ゲル法で用いる原料に各種のものが知られていて、それらをいずれも採用することができることなどによる。その炭素繊維で形成されたプリフォームに、溶融されたアルミニウム合金を不活性ガス雰囲気中で700～900℃の温度で加圧浸透させれば、 Al_4C_3 の生成のない、アルミニウム合金がプリフォーム中に均一に分散した複合材料を作製することができる。

【0017】その浸透させるアルミニウム合金としては、15重量%以下のMgを含むアルミニウム合金とし、浸透させる雰囲気としては、窒素雰囲気とし、浸透させる圧力としては、非加圧とした（請求項5）。アルミニウム合金を15重量%以下Mgを含むアルミニウム合金としたのは、前述した通りであり、そのアルミニウム合金を窒素雰囲気中で浸透させれば、非加圧でプリフォーム中に浸透することとなる。

【0018】そのアルミニウム合金を浸透させるプリフォームの繊維充填率としては、30～60体積%とした（請求項6）。これも前述した通りで炭素繊維の充填率が30体積%より低いと、複合材料の強度が低下し、60体積%より高いと、プリフォームの形成が困難となり、複合材料の作製が難しくなる。

【0019】

【発明の実施の形態】本発明の製造方法をさらに詳しく述べると、まず炭素繊維を用意する。その炭素繊維で30～60体積%の充填率を有するプリフォームを形成する。プリフォームの形成方法としては、慣用の方法を用いることができる。例えば、得られた炭素繊維に水あるいはこれと反応を起こさない有機溶媒を加え、これにバインダーを加え混合してスラリーとし、フィルタープレスにより形成する方法や、セラミックスにバインダーを加え、混合したセラミックスをプレスにより形成する方法などを挙げることができる。

【0020】得られたプリフォーム中の炭素繊維表面にゾル-ゲル法でセラミックス層をコーティングする。その方法としては、通常セラミックス形成用原料を含有する液状組成物中にプリフォームを浸漬し、それを重合、ゲル化させることによってコーティングさせることができる。液状組成物の重合、ゲル化は常温でも進行するが、加熱することによってゲル化時間が短縮され、また重合密度が上がってセラミックス層がより緻密化される。セラミックス層にピンホールの発生を防止するために、このコーティングを2層以上施しても差し支えない。

【0021】この液状組成物は、各種の金属アルコキシドや金属ヒドロキシドをセラミックス形成用原料として含有するものであり、そのセラミックス形成用原料としては、 $Al(OCH_3)_3$ 、 $Al(OC_2H_5)_3$ 、Ti

(OCH_3)₄、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ などを挙げることができる。また、これらの化合物を1種または2種以上組み合わせ用いることができ、2種以上が縮合しているものを用いてもよい。

【0022】これらのセラミックス形成用原料は、通常有機溶剤、水、これらの混合溶媒などに溶解または分散して液状組成物として用いるが、セラミックス形成用原料自体が液状であるものは、そのまま用いることも可能である。有機溶剤は公知のゾル-ゲル法に用いられる液状組成物に使われているいずれのものも使用でき、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールなどの低級アルコール、アルキル基としてメチル、エチル、プロピル基を有する炭化水素エーテルアルコール類、酢酸エチル、アセトンなどを用いることができる。

【0023】また、上記セラミックス形成用原料を含有する液状組成物には、必要に応じてコロイド状物質、無機微粉末を添加することができる。このコロイド状物質、無機微粉末の添加によって、ゾル-ゲル法により形成されるセラミックス層が緻密化される。

【0024】因みにコロイド状物質とは、一般に1～1000nm程度の液状または固体の粒子が分散媒中に分散しているものを言い、公知の各種のものが使用できる。そのコロイド状物質の種類としては、コロイド状シリカ、コロイド状アルミナ、コロイド状酸化チタンなどを挙げることができる。そのコロイド状物質を分散させる分散媒としては、前述した低級アルコール類、酢酸エステル類などの有機溶剤や水などが単独または混合して用いられている。一方、無機微粉末としては、粒子径が5～150nm程度のものが適当であり、例えばアルミナ微粉末、酸化チタン微粉末、シリカ微粉末などを用いることができる。

【0025】前述した液状組成物は、急速なゲル化を防止するために、pH2.5～6.0程度に調整することが好ましい。pH調整には、例えば塩酸、酢酸、シュウ酸、安息香酸などの無機酸、有機酸を用いることができる。またこの液状組成物には、室温ではゲル化させることがなく、加熱によって解離して重合を加速することのできる緩衝化潜触媒としてカルボン酸金属塩、アミンカルボキシレートなどを液状組成物中に添加することができる。

【0026】このようにしてプリフォーム中の炭素繊維の表面にセラミックス層をコーティングした後、プリフォーム中にMgを15重量%以下含むアルミニウム合金を窒素雰囲気中で700～900℃の温度で溶解すると同時に非加圧で浸透させ、金属-炭素繊維複合材料を作製する。得られた複合材料は、必要に応じて目的形状に機械加工して所望の複合材料の製品とする。

【0027】以上の方法で金属-炭素繊維複合材料を作製すれば、Al₂C₃を生成しない、また、アルミニウム

合金の分散が均一な金属-炭素繊維複合材料を得ることができるようになる

【0028】

【実施例】以下、本発明の実施例を具体的に挙げ、本発明をより詳細に説明する。

【0029】（実施例1）

（1）金属-炭素繊維複合材料の作製

市販の炭素繊維平織物（有沢製作所製、2D）を用意し、これを積層、プレスして50体積%の充填率を有する50×50×10mmのプリフォームを形成した。一方、液状組成物として水にIPA（イソプロピルアルコール）を40重量%加えたものを100重量部、これにトリメトキシシラン100重量部、アルミナゾル30重量部、酢酸2重量部を加え混合して液状組成物を調製した。

【0030】この液状組成物にプリフォームを浸漬して炭素繊維表面に液状組成物を付着させた後、150℃で10分間加熱処理した。次いでこれにさらに液状組成物を付着させ、これを150℃で20分間加熱処理して炭素繊維の表面にアルミナ層をコーティングした。このプリフォームとアルミニウム合金（Al-5Mg）とを窒素雰囲気中で750℃の温度で加熱処理してアルミニウム合金を溶解すると同時にプリフォーム中に非加圧で浸透させて複合材料を作製した。

【0031】（2）評価

得られた複合材料を切断してアルミニウム合金の分散状態及び浸透状態、炭素繊維表面のアルミナ層の被覆状態を目視で観察した。また、得られた複合材料から3×4×40mmの試験片を切り出し、その試験片で3点曲げ強度を測定した。その結果を表1に示す。

【0032】（実施例2）炭素繊維平織物に加圧するプレス圧力を調整してプリフォームの炭素繊維の充填率を40体積%とした他は実施例1と同様に複合材料を作製し、評価した。その結果も表1に示す。

【0033】（実施例3）炭素繊維平織物に加圧するプレス圧力を調整してプリフォームの炭素繊維の充填率を20体積%とした他は実施例1と同様に複合材料を作製し、評価した。その結果も表1に示す。

【0034】（実施例4）プリフォームに浸透させるアルミニウム合金の組成をAl-18Mgとした他は実施例1と同様に複合材料を作製し、評価した。その結果も表1に示す。

【0035】

【表1】

		炭素繊維 充填率 体積%	アルミニウム合金 組成 重量%	アルミニウム合金		アルミナ層 被覆状態	曲げ強度 MPa
				分散状態	浸透状態 未浸透部		
実施例	1	50	95Al-5Mg	均一	なし	良	500
	2	40	95Al-5Mg	均一	なし	良	450
	3	20	95Al-5Mg	均一	なし	良	220
	4	50	82Al-18Mg	均一	あり	良	—

【0036】表1から明らかなように、アルミニウム合

金の分散は、プリフォーム中の空隙部に溶融したアルミニウム合金が浸透されているので、実施例1～4とも均一であった。また、炭素繊維の表面状態は、コーティングしたアルミナ層が剥がれることもなくアルミニウム合金が浸透されているので、実施例1～4ともアルミニウム合金とは接触していなかった。さらに、アルミニウム合金の浸透状態は、実施例1、2、3は良好であったが、実施例4はアルミニウム合金中のMgの含有率が高かったため、未浸透部分が生じていた。さらにまた、曲げ強度は、実施例1、2とも高かったが、実施例3は繊維充填率が低かったため、低かった。なお、実施例4は未浸透部分が生じていたので、測定しなかった。

【0037】これにより、炭素繊維の表面にセラミックス層を形成すれば、 Al_4C_3 の生成がなく、プリフォーム中に溶融したアルミニウム合金を浸透させれば、アル*

*ミニウム合金の分散が均一となり、アルミニウム合金中にMgを含ませれば、非加圧で浸透させることができ、炭素繊維の充填率を適切にすれば、強度の高い複合材料が得られることを示している。

【0038】

【発明の効果】以上の通り、本発明の複合材料であれば、強化材が炭素繊維でマトリックスがアルミニウム合金であっても、 Al_4C_3 を形成しない、また、アルミニウム合金の分散が均一な金属-炭素繊維複合材料とすることができるようになった。このことにより、炭素長繊維を高含有含む、アルミニウム合金をマトリックスとする複合材料が得られるようになり、電気、輸送、航空宇宙分野で有用な金属-炭素繊維複合材料を容易に提供できるようになった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード(参考)

C 2 2 C 47/06

C 2 2 C 47/06

47/08

47/08

47/12

47/12

49/06

49/06

/(C 2 2 C 47/04

(C 2 2 C 47/04

121:02)

121:02)

(C 2 2 C 47/06

(C 2 2 C 47/06

101:10)

101:10)

(72)発明者 原田 保

(72)発明者 青木 一郎

東京都江東区清澄1-2-23 太平洋セメント株式 会社 中央研究所

東京都江東区清澄1-2-23 太平洋セメント株式 会社 中央研究所

F ターム(参考) 4K020 AA04 AC01 BA01 BA02 BB02

BB05